

4823P122US

4

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **04357129 A**(43) Date of publication of application: **10.12.92**

(51) Int. Cl.

**C03B 20/00****C03B 8/04****C03B 37/018****G02B 6/00**(21) Application number: **03160076**(22) Date of filing: **03.06.91**(71) Applicant: **SHIN ETSU CHEM CO LTD**(72) Inventor: **OTSUKA HISATOSHI  
TAKITA MASATOSHI****(54) PRODUCTION OF SYNTHETIC QUARTZ GLASS  
MEMBER****(57) Abstract:**

**PURPOSE:** To provide a method for producing a synthetic quartz glass member suitable for optical use because of excellent uniformity and absence of striae thereof.

**CONSTITUTION:** In production of a synthetic quartz glass member wherein a raw material silane compound is

hydrolyzed in an oxyhydrogen flame to give synthetic silica powder, which is piled on a rotating carrier and simultaneously melted and vitrified, the raw material silane compound is fed to an oxyhydrogen flame burner at a fixed speed and the irradiation position of central flame of oxyhydrogen flame is in the vicinity of the outer peripheral part of growing plane of synthetic quartz glass.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&amp;Japio

Display format    ----- Select the type of output. -----

Display checked documents.

Check All

Uncheck All

☐ \*\* Result [P] \*\* Format(P807) 2004.07.07    1/    1

Application no/date: 1991-160076[1991/ 6/ 3]  
 Date of request for examination: [1996/10/29]  
 Accelerated examination ( )  
 Public disclosure no/date: 1992-357129 \*Translate [1992/12/10]  
 Examined publication no/date (old law): [ ]  
 Registration no/date: 2947428 \*Translate [1999/ 7/ 2]  
 Examined publication date (present law): [1999/ 9/13]  
 PCT application no:  
 PCT publication no/date: [ ]  
 Applicant: SHIN ETSU CHEM CO LTD  
 Inventor: OTSUKA HISATOSHI, TAKITA MASATOSHI  
 IPC: C03B 20/00 C03B 8/04 C03B 8/04  
 FI: C03B 37/018 A G02B 6/00 ,356A C03B 8/04 J  
 C03B 8/04 R C03B 8/04 A C03B 8/04 H C03B 20/00 G  
 C03B 20/00 A  
 F-Term: 4G021EA01,EB11,4G014AH00,AH15  
 Expanded classification: 133,292  
 Fixed keyword:  
 Citation: [ , , , ] ( , , )  
 Title of invention: PRODUCTION OF SYNTHETIC QUARTZ GLASS MEMBER  
 Viability information of application: (right is in force)  
 Priority country/date/number: ( ) [ ] ( )  
 Domestic priority: [ ] ( )  
 Original application number: ( )  
 Original registration number: ( )  
 Retroactive date: [ ]  
 No. of claims ( 3)  
 Classification of examiners decision/date: (decision of registration(allowance)  
 ) [1999/ 6/16]  
 Final examinational transaction/date: (registration) [1999/ 7/ 2]  
 Examination intermediate record:  
 (A63 1991/ 6/ 4,PATENT APPLICATIONUTILITY MODEL REGISTRATION APPLICATION, 1  
 4000: )  
 (A961 1992/ 2/27,CORRECTION DATA BY EX OFFICIO (FORMALITY), : )  
 (A621 1996/10/29,WRITTEN REQUEST FOR EXAMINATION, 92400: )  
 (A961 1996/12/11,CORRECTION DATA BY EX OFFICIO (FORMALITY), : )  
 (A9710071998/ 9/ 7,WRITTEN REPORT OF RETRIEVAL, : )  
 (A9710111999/ 6/11,SITUATION LIST OF UTILIZATION OF OUTSIDE AGENCY FOR SEARCHI  
 NG PATENT INFORMATION, : )  
 (A01 1999/ 6/16,DECISION TO GRANT A PATENTDECISION OF REGISTRATION, :  
 ) (A61 1999/ 6/17,PAYMENT OF ANNUAL FEE, : )  
 \*\*\* Trial no/date [ ] Kind of trial [ ] \*\*\*  
 Demandant: -  
 Defendand: -  
 Opponent: -  
 Classification of trial decision of opposition/date: ( ) [ ]  
 Final disposition of trial or appeal/date: ( ) [ ]  
 ]  
 Trial and opposition intermediate record:

BEST AVAILABLE COPY

## Registration intermediate record:

(R01 1999/ 6/16,A NOTICE OF DECISION OF REGISTRATION, :01)  
(R100 1999/ 6/17,A WRITTEN PAYMENT FOR ESTABLISHMENT, :01)  
(R150 1999/ 7/ 9,A REGISTRATION CERTIFICATE, :01)  
(R20 2002/ 6/27,A WRITTEN ANNUITY PAYMENT, :02)  
(R2501 2002/12/10,A RECEIPT OF ANNUITY PAYMENT (LUMP SUM PAYMENT), :02)  
Amount of annuity payment: 6Years  
Extinction of right/Lapse date of right: ( ) [ ]  
Proprietor: 13-SHIN ETSU CHEM CO LTD  
Status of register: ( )

☐ Check All☐ Uncheck All☐ Display checked documentsDisplay format 

1-1/1

From  -  Count

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平4-357129

(43)公開日 平成4年(1992)12月10日

(51)Int.Cl. <sup>9</sup>	識別記号	序内整理番号	F i	技術表示箇所
C 0 3 B 20/00		6971-4G		
8/04		6971-4G		
37/018	A	8821-4G		
G 0 2 B 6/00	3 5 6 A	7036-2K		

審査請求 未請求 請求項の数3(全 4 頁)

(21)出願番号	特願平3-150076	(71)出願人	000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(22)出願日	平成3年(1991)6月3日	(72)発明者	大塚 久利 新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の 1 信越化学工業株式会社合成技術研究所 内
		(72)発明者	滝田 正俊 新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の 1 信越化学工業株式会社合成技術研究所 内
		(74)代理人	弁理士 山本 亮一 (外1名)

(54)【発明の名称】 合成石英ガラス部材の製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 本発明は均質性にすぐれており、脈理もないことから光学用として有用とされる合成石英ガラス部材の製造方法の提供を目的とするものである。

【構成】 本発明による合成石英ガラス部材の製造方法は、原料シラン化合物を酸水素火炎中で火炎加水分解させて得た合成シリカ粉を回転している担体上に堆積し、同時に熔融ガラス化して合成石英ガラス部材を製造する方法において、原料シラン化合物の酸水素火炎バーナーへの供給を一定速度で行なうと共に、酸水素火炎中心炎の照射位置を合成石英ガラスの成長面の外周部付近とすることを特徴とするものである。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 原料シラン化合物を酸水素火炎中で火炎加水分解させて得た合成シリカ粉を回転している担体上に堆積し、同時に溶融ガラス化して合成石英ガラス部材を製造する方法において、原料シラン化合物の酸水素火炎バーナーへの供給を一定速度で行なうと共に、酸水素火炎中心炎の照射位置を合成石英ガラスの成長面の外周部付近とすることを特徴とする合成石英ガラス部材の製造方法。

【請求項2】 軸方向に生長する合成石英ガラスの径を  $a$  とし、中心炎の照射位置を該合成シリカ母材の生長軸を中心にもった直径  $b$  の円周上の点としたとき、 $b/a$  が0.7以上の範囲である請求項1に記載した合成石英ガラス部材の製造方法。

【請求項3】 合成石英ガラス中の少なくとも50%の部分の径方向間の屈折率最大偏差値 ( $\Delta n$ ) が  $10 \times 10^{-6}$  以下である請求項1に記載した合成石英ガラス部材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は合成石英ガラス部材の製造方法、特に均質性にすぐれており、脈理もないことから光学用として有用とされる合成石英ガラス部材の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、合成石英ガラスの製造方法としては米国特許第2,272,342号明細書に記載されているように、揮発性けい素化合物例えば四塩化けい素、シラン、テトラメトキシシランを燃焼させるかまたは火炎中で気相加水分解させることにより微細な二酸化けい素粉末を生成させ、この微粉末を原料自体の燃焼熱もしくは同時に供給する水素、メタン、一酸化炭素等の可燃性ガスの燃焼熱によって基体上に堆積・生長させて半融状態の  $SiO_2$  凝結体とし、さらに電気炉で透明ガラス化する方法、あるいは生成した  $SiO_2$  を石英ガラス基体上に吹きつけ同時に高温の燃焼熱によって溶融ガラス化する方法が公知とされている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、この従来の方法で作られた合成石英ガラス部材には脈理が存在し、三方向に脈理が存在する場合にこれをレンズとして使用すると使用面に脈理が存在するために光が収束せず、したがってこれはレンズなどの光学用途に使用することができない。これは三方向に脈理が存在している中で一方向

のを得ることができないという理由からであり、このものはまたリング状脈理の内側の面内での屈折率最大偏差値 ( $\Delta n$ ) の値が  $\Delta n \geq 15 \times 10^{-6}$  で光学用として必要とされる  $\Delta n \leq 10 \times 10^{-6}$  の値のものは得られず、またリング状脈理の部分よりもさらに内側の領域でしか使用できないために、歩留りがわるく、効率的でないという不利がある。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明はこのような不利を解決することのできる合成石英ガラス部材の製造方法に関するものであり、これは原料シラン化合物を酸水素火炎中で火炎加水分解させて得た合成シリカ粉を回転している担体上に堆積し、同時に溶融ガラス化して合成石英ガラス部材を製造する方法において、原料シラン化合物の酸水素火炎バーナーへの供給量を一定速度で行なうと共に、酸水素火炎中心炎の照射位置を合成石英ガラスの生長面の外周部付近とすることを特徴とするものである。

【0005】 すなわち、本発明者らは均質性にすぐれており、脈理もない合成石英ガラス部材の製造方法を開発すべく種々検討した結果、シラン化合物を酸水素火炎中で火炎加水分解して得た合成シリカ粉を回転する担体上に堆積し、同時に溶融ガラス化して合成石英ガラス部材を得る方法において、原料シラン化合物の酸水素火炎バーナーへの供給量を一定速度とすると合成石英ガラスの堆積面、その溶融面の表面温度が一定となり、この反応で生成する  $H_2O$  または  $OH$  基の形態も一定となり、得られる石英ガラスが組成的に均一なものとなるので、脈理が発生しなくなるし、酸水素火炎中心炎照射位置を合成石英ガラスの生長面の外周部付近とすると、温度の最も高い中心炎が合成石英ガラス生長面の外周部付近となるのでリング状に入る脈理の位置を外周部とすることが可能となり、使用可能な範囲が拡大されるようになることを見出し、この場合における中心線の照射位置、合成石英ガラスの屈折率最大偏差値 ( $\Delta n$ ) についての研究を進めて本発明を完成させた。以下にこれをさらに詳述する。

## 【0006】

【作用】 本発明は均質性にすぐれており、脈理もない合成石英ガラス部材の製造方法に関するものであり、これはシラン化合物を酸水素火炎で火炎加水分解して得た合成シリカ粉を回転している担体上に堆積し、同時に溶融ガラス化して合成石英ガラス部材を製造する方法において、原料シラン化合物の供給量を一定速度とし、酸水素

価炭化水素基、Xがハロゲン原子、nが0~3の整数であるもの、例えば四塩化けい素、メチルトリクロロシラン、式 $R^1_3Si(OR^2)_n$ で示され、 $R^1$ 、 $R^2$ が同一または異種の脂肪族一価炭化水素基、nが0~3の整数である、例えばメチルトリメトキシシラン、式 $SiR_3(OR)_n$ で示され、Rが前記と同じでxが2以上の整数、yが $2x+2$ を越えない0でない整数、zが2xを越えない0でない整数で示されるもの、例えばジメチルジシロキサンなどが例示される。

【0008】本発明において上記したシラン化合物は公知の方法にしたがい酸水素火炎中に供給され、この火炎中での火炎加水分解によって合成シリカ粉とされ、この合成シリカ粉が回転している担体上に堆積と同時に溶融ガラス化することによって合成石英ガラス部材とされるのであるが、本発明においてはこのシラン化合物の酸水素火炎への供給量が一定速度で行なわれる。

【0009】これはシラン化合物の酸水素火炎への供給量が一定でなかったり、あるいは不連続的に行なわれると、合成シリカ粉の堆積速度も一定とならないし、合成シリカ粉の堆積面、これを溶融して得られる合成石英ガラスの溶融面の表面温度も変化し、この反応で得られる $H_2O$ 、OH基の形態も変化するので、得られる合成石英ガラスは組成的に変化をもったものとなるために、この合成石英ガラスに脈理が発生するのであるが、この酸水素火炎に対するシラン化合物の供給量を一定速度で行なうと当然ここに発生する合成シリカ粉の堆積速度は一定したものとなり、したがって合成シリカ粉の堆積面、これを溶融した合成石英ガラスの溶融面の表面温度も一定となり、この反応で得られる $H_2O$ 、OH基の形態も一定となり、得られる合成石英ガラスは組成が一定したものとなるので、ここに脈理が発生しなくなるという有利性が与えられる。

【0010】また、本発明においては酸水素火炎バーナーの中心炎の照射位置が合成石英ガラスの生長面外周部付近とされる。これは酸水素火炎の中ではその中心炎が最も温度の高いものであるため、酸水素火炎が合成石英ガラスに照射されているときには中心炎の当たっている部分が一番高温となり、したがってこの温度分布に相関して合成石英ガラス中に含有する $H_2O$ 、OH基、C1基などにも分布が生じるので、特に高温になる中心炎の照射位置に脈理が現われるのであるが、この中心炎の照射位置を合成石英ガラスの成長面外周部付近とするとこの場合も脈理は発生するがリング状に入る脈理の位置

ものであるが、本発明による合成石英ガラス部材の製造は耐熱性担体1にシラン化合物供給ライン3、水素ガス供給ライン4、酸素ガス供給ライン5を有する酸水素火炎バーナー2からの酸水素火炎6を照射し、このシラン化合物の酸水素火炎6による火炎加水分解で発生した合成シリカ粉を回転している担体1の上に堆積と同時に溶融ガラス化して合成石英ガラス8を作り、これを合成石英ガラス部材とするのであるが、本発明においてはこのシラン化合物供給ライン3から酸水素火炎6に供給されるシラン化合物の供給量が一定速度で行なわれる。

【0012】また、本発明においてはこの酸水素火炎6における中心炎7の照射位置9が合成石英ガラス8の成長面10の外周部付近とされるのであるがこの場合合成石英ガラスの外径をa、生長軸を中心にもった中心炎の照射範囲をbとしたとき、このaとbの径比 $b/a$ を0.7未満とするとリング状として現われる脈理の位置が中心よりとなって脈理のない有効範囲が面積比で50%以下となり使用可能な範囲が狭くなるし、この $b/a$ が0.92より大きくすると中心炎が殆んど外周部に照射されるためにシリカの堆積効率がわるくなり、生産性も落ちるので、これは $b/a$ が0.7以上、好ましくは0.80~0.92の範囲とすることがよい。

【0013】なお、本発明で得られる合成石英ガラス部材についてはレンズなどの光学用途に使用できる屈折率最大偏差値( $\Delta n$ )が $10 \times 10^{-6}$ 以下とすることが必要とされるのであるが、この屈折率最大偏差値( $\Delta n$ )はリング状脈理の影響を受け易く、したがって上記した合成石英ガラスの外径aと中心炎の照射範囲bとの径比が0.7以下のときにはこれが $\Delta n = 20 \times 10^{-6}$ 程度となってしまうのであるが、この径比を0.7以上、好ましくは0.8~0.92の範囲とすればリング状脈理内の一方向において脈理のない領域が広がるために該リング状脈理の影響が少なくなることからこの $\Delta n$ を $10 \times 10^{-6}$ 以下とすることができる。

#### 【0014】

【実施例】つぎに本発明の実施例、比較例をあげる。

#### 実施例1~3、比較例

図1に示した合成石英ガラス製造装置を使用し、酸水素火炎バーナー2の水素ガス供給ライン4に水素ガスを20Nm<sup>3</sup>/時、酸素ガス供給ライン5に酸素ガスを8Nm<sup>3</sup>/時で供給して酸水素火炎6を形成させ、これを耐熱性担体1に照射した。ついでこのシラン化合物供給ライン3に四塩化けい素( $SiCl_4$ )を1,500g/時(8.8モル/時)の一定速度で供給し、この火炎加水

(4)

特開平4-357129

5

6

外周部よりとなったが、比較例ではこれが中心よりとなり、この屈折率最大偏差値および $\Delta n \leq 10 \times 10^{-6}$ の部分の比率は表1に併記したとおりのものとなった。 \*

\*【0016】

【表1】

項 目	実 施 例			比較例
	1	2	3	
合成石英ガラスの外径 (a) (mmφ)	120	120	110	110
中心炎の照射範囲 (b) (mmφ)	94	100	90	50
径 比 (b/a)	0.78	0.83	0.82	0.45
脈理の位置	外周部より	外周部より	外周部より	中心より
屈折率最大偏差値 ( $\Delta n$ )	$7 \times 10^{-6}$	$10 \times 10^{-6}$	$5 \times 10^{-6}$	$15 \times 10^{-6}$
$\Delta n \leq 10 \times 10^{-6}$ の部分の比率 (%)	64 %	72 %	91 %	25 %以下

【0017】

【発明の効果】本発明は合成石英ガラス部材の製造方法に関するものであり、これは前記したように原料シラン化合物を酸水素火炎中で火炎加水分解させて得た合成シリカ粉を回転している担体上に堆積と同時に溶融ガラス化して合成石英ガラス部材を製造する方法において、原料シラン化合物の酸水素火炎バーナーへの供給を一定速度で行なうと共に、酸水素火炎中心炎の照射位置を合成石英ガラスの成長面の外周部付近とすることを特徴とするものであり、これによれば均質性がすぐれており、脈理のないことから、光学用として有用とされる合成石英ガラスを容易に得ることができるという有利性が与えられる。

【図面の簡単な説明】

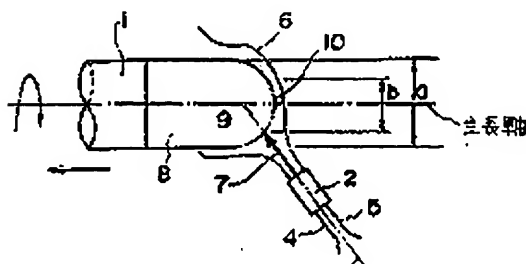
【図1】本発明に使用される合成石英ガラス製造装置の縦断面図を示したものである。

【図2】本発明の実施例1～3、比較例で得られた合成石英ガラスにおける脈理の位置を示した模式図を示したものである。

【符号の説明】

- 1 耐熱性担体
- 2 酸水素火炎バーナー
- 3 原料シラン化合物供給ライン
- 4 水素ガス供給ライン
- 5 酸素ガス供給ライン
- 6 酸水素火炎
- 7 中心炎
- 8 合成石英ガラス
- 9 中心炎照射位置
- 10 合成石英ガラス成長面
- a 合成シリカ外径
- b 中心炎照射範囲

【図1】



【図2】

